

PROCEDE DE REDUCTION DU FLUAGE D'UN ELEMENT A BASE DE PLATRE,
COMPOSITION A BASE DE PLATRE ET PROCEDE DE FABRICATION D'UN
ELEMENT A BASE DE PLATRE A FLUAGE REDUIT

5 La présente invention concerne un procédé de réduction du fluage d'un élément à base de plâtre, une composition à base de plâtre pour un tel élément et un procédé de fabrication d'un élément à base de plâtre à fluage réduit. Elle s'applique en particulier à la réalisation de plaques de plâtre à fluage
10 réduit.

Dans le brevet américain n° 3 190 787 sont décrites des plaques de plâtre à basse densité contenant de l'acide borique dans des quantités bien définies, en vue, notamment, de
15 supprimer l'affaissement de ces plaques.

La demande internationale publiée sous le numéro WO 99/08978 a trait à un procédé pour produire un produit contenant du plâtre durci, dans lequel on introduit des ions trimétaphosphates dans la composition à base de plâtre dans le
20 but d'améliorer la résistance mécanique, la rigidité et la stabilité dimensionnelle du plâtre durci.

Le brevet américain n° 4 645 548 se rapporte à un procédé pour produire des plaques de plâtre, dans lequel on utilise de l'acide tartrique ou l'un de ses sels métalliques comme
25 retardateurs de la prise hydraulique.

Le brevet américain publié sous le numéro US 6 352 585 concerne une composition à couler à base de plâtre, destinée à une utilisation dans le domaine dentaire. Cette composition est composée de deux parties, une première partie à base de
30 plâtre et une seconde partie à base d'eau, l'une et/ou l'autre de ces parties contenant au moins deux acides qui sont choisis dans le groupe constitué par les acides oxalique, borique, phosphorique, citrique, tartrique, sulfurique, acétique, formique, maléique, ascorbique, aspartique et leurs mélanges.
35 Les deux parties sont maintenues séparées, puis mélangées au moment du coulage; on laisse ensuite le mélange durcir.

Dans les exemples n° 22, 38, 49, 50 de ce brevet américain sont décrites des compositions dont la première partie est constituée de 100 g de plâtre et la seconde partie comprend 30 g d'eau, dans laquelle sont dissous, suivant les exemples, 1 ou 2 g d'acide borique et 0,5 ou 1 g d'acide tartrique.

Dans le domaine de la construction, le fluage est dû aux contraintes mécaniques auxquelles sont soumises les plaques de plâtre, le plus souvent, sous l'action de leur propre poids. Si l'on a une forte hygrométrie ambiante, les effets de ces contraintes sont amplifiés et engendrent au fil du temps une déformation de la plaque qui fléchit vers le bas. Ce phénomène s'amplifie avec l'allégement des produits, et est particulièrement gênant ; c'est le cas, par exemple lorsque les plaques de plâtre sont fixées en plafond. On a alors un profil ondulé entre les points de fixation des plaques.

C'est en cherchant à réduire le fluage de plaques de plâtre que la Demanderesse a découvert qu'on obtient une réduction importante du fluage, lorsqu'on introduit plus de 0,001% en poids d'acide tartrique ou de l'un de ses sels, par rapport au poids du sulfate de calcium semi hydrate, dans la plaque de plâtre lors de sa préparation.

Un tel résultat est fort surprenant pour l'homme du métier, car la littérature scientifique enseigne que « les additifs [notamment les acides tartrique et borique] ont un effet néfaste sur la tenue en fluage du matériau à 97% [d'humidité relative] à l'exception de l'acide malique. » Voir en effet à cet égard la page 105 du mémoire de thèse de Docteur de l'Université d'Aix-Marseille III, spécialité Génie des Procédés et Physico-Chimie, intitulé « Etude de l'adsorption de l'eau sur les cristaux de gypse et de son influence sur les propriétés mécaniques du plâtre pris pur et additivé », présenté publiquement par Elisabeth Badens le 12 janvier 1998.

En outre, la Demanderesse a constaté qu'il se produit un effet de synergie en termes d'effet anti-fluage, lorsqu'on met en œuvre une combinaison d'acide tartrique ou de l'un ou plusieurs de ses sels avec de l'acide borique ou l'un ou plusieurs de ses sels, dans un élément en plâtre.

Ainsi, la présente invention a pour objet un procédé de réduction du fluage dans un élément à base de plâtre. Il s'applique en particulier aux plaques de plâtre.

Le procédé selon l'invention comprend l'introduction dans
5 la composition à base de plâtre, avant que celle-ci ne prenne et ne durcisse pour donner l'élément à base de plâtre, d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique, en une quantité supérieure à 0,001% en poids, de préférence supérieure à 0,01%, par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate
10 contenu dans la composition à base de plâtre.

Un autre objet de l'invention est une composition à base de plâtre qui permet d'obtenir un élément à base de plâtre présentant un fluage réduit. Cette composition peut en particulier être une composition pour plaque de plâtre.

15 La composition selon l'invention comprend, en pourcentages en poids par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate dans la composition, de 0,003% à 0,45% d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique et de 0,05% à 0,95% d'acide borique ou de sel(s) d'acide borique.

20 L'invention concerne également un élément à base de plâtre, tel qu'une plaque de plâtre, présentant un fluage réduit, et qui est obtenu par prise et durcissement hydrauliques de la composition à base de plâtre selon l'invention.

Un autre objet encore concerne l'utilisation d'acide
25 tartrique ou de l'un ou plusieurs de ses sels pour la réduction du fluage d'un élément à base de plâtre, en particulier une plaque de plâtre.

Enfin, l'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'un élément à base de plâtre ayant un fluage
30 réduit, dans lequel on introduit de l'acide tartrique, ou l'un ou plusieurs de ses sels, et de l'acide borique, ou l'un ou plusieurs de ses sels, dans la composition à base de plâtre, avant que celle-ci ne prenne et ne durcisse pour donner l'élément à base de plâtre.

35 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention vont maintenant être décrits en détail dans l'exposé qui suit.

EXPOSE DETAILLE DE L'INVENTIONProcédé de réduction du fluage selon l'invention

Ainsi, pour réduire le fluage de l'élément à base de plâtre, on introduit, selon l'invention, de l'acide tartrique ou l'un de ses sels dans la composition à base de plâtre avant la prise et le durcissement de cette dernière.

Par "composition à base de plâtre", il faut entendre ici une composition de plâtre classique, c'est-à-dire constituée pour l'essentiel de plâtre.

Par "plâtre", on entend du sulfate de calcium semi-hydrate de type bêta ou alpha.

Ce plâtre peut également contenir du sulfate de calcium sous forme d'anhydrite.

Par "acide tartrique" on entend ici l'acide tartrique L, D, DL ou méso tels que décrits dans « The Merck Index - eleventh edition ». Bien entendu, on peut utiliser des mélanges de deux ou plusieurs de ces isomères. On peut ainsi utiliser un mélange des formes L et D, par exemple selon des ratios massiques variables de 5/95 à 95/5, avantageusement de 30/70 à 70/30. On peut aussi utiliser un mélange des formes L, D et méso, par exemple selon des ratios massiques variables de 10-25/10-50/25-80, avantageusement de 10-25/10-40/50-80.

L'acide tartrique peut être mis en œuvre sous la forme d'un sel qui peut être un sel métallique ou un sel d'ammomium quaternaire.

Comme sel métallique, on peut citer les sels formés avec un métal alcalin comme le sodium ou les sels formés avec un métal alcalino-terreux comme le calcium.

La quantité d'acide tartrique, ou d'un ou plusieurs de ses sels, introduite dans la composition de plâtre est généralement supérieure à 0,001% en poids par rapport au poids de sulfate de calcium semi-hydrate contenu dans la composition pour plaque de plâtre.

De préférence, on introduit dans la composition à base de plâtre, en pourcentages en poids par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate présent dans la composition, de 0,003% à 0,45% et de préférence de 0,005% à 0,05% d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique.

Selon un mode de réalisation de l'invention, on introduit en outre dans la composition à base de plâtre, en pourcentages en poids par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate dans la composition, jusqu'à 0,95% (notamment de 0,05% à 0,95%) et, de préférence, de 0,2 à 0,8% d'acide borique ou de sel(s) d'acide borique. Ce mode de réalisation est particulièrement avantageux, car la combinaison de ces deux acides produit une synergie au niveau de l'effet anti-fluage provoqué.

L'introduction des additifs dans la composition à base de plâtre peut se faire soit en les dissolvant préalablement dans l'eau de gâchage, soit en les mélangeant sous forme de poudre au gypse, soit au moyen de l'imprégnation par trempage de l'élément de plâtre durci dans une solution aqueuse contenant les additifs.

Selon un mode de réalisation de l'invention, on introduit en outre de l'air dans la composition à base de plâtre en ajoutant une mousse. Cette mousse peut être réalisée en utilisant tout agent moussant approprié, par exemple, l'agent moussant de formule ROSO_3M , tel que défini de la page 14, ligne 20 à la page 15, ligne 16, de la demande internationale WO 99/08978 précitée.

De préférence, on utilise un agent moussant comprenant un alkylsulfate de métal alcalin ou alcalino-terreux. Comme métal alcalin, on peut alors citer le potassium, le lithium et, de préférence, le sodium. Comme métal alcalino-terreux, on peut citer le calcium et le magnésium.

L'agent moussant particulièrement préféré comprend un alkylsulfate de formule $\text{H}(\text{CH}_2)_n\text{OSO}_3^-\text{M}^+$, dans laquelle n varie de 6 à 16 et le nombre moyen d'atomes de carbone dans la composition d'alkylsulfates n_m est compris entre 10 et 11, et M est un cation monovalent.

Selon un mode de réalisation de l'invention, en vue d'améliorer encore l'effet anti-fluage, on introduit un ou plusieurs phosphates de métal alcalin ou alcalino-terreux dans la composition à base de plâtre.

La quantité de phosphate de métal alcalin ou alcalino-terreux introduite est au maximum de 0,5% et de préférence inférieure à 0,2% en poids, par rapport à la masse de sulfate de calcium semi-hydrate.

Comme métal alcalin du phosphate, on peut citer le sodium, le potassium et le lithium.

Comme métal alcalino-terreux du phosphate, on peut citer le calcium et le magnésium.

5 De préférence, le métal est le sodium.

Comme phosphate, on met de préférence en œuvre du trimétaphosphate.

Ainsi, le phosphate métallique particulièrement préféré est le trimétaphosphate de sodium.

10

Composition à base de plâtre selon l'invention

La composition à base de plâtre à fluage réduit selon l'invention comprend, en pourcentages en poids par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate dans la composition,
15 plus de 0,001%, en particulier de 0,003% à 0,45% d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique, et de 0,05% à 0,95% d'acide borique ou de sel(s) d'acide borique.

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, la composition à base de plâtre comprend de 0,005% à 0,05%
20 d'acide tartrique, ou de sel(s) d'acide tartrique, et de 0,2% à 0,8% d'acide borique, ou de sel(s) d'acide borique.

Plus préférentiellement encore, la composition comprend de 0,02% à 0,03% d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique et de 0,4% à 0,7% d'acide borique ou de sel(s) d'acide borique.

25 La composition à base de plâtre selon l'invention comprend de préférence, comme cela a été décrit en relation avec le procédé selon l'invention, un phosphate de métal alcalin ou alcalino-terreux.

La composition à base de plâtre selon l'invention peut
30 comprendre en outre des additifs utilisés de façon classique dans les compositions à base de plâtre et bien connus de l'homme du métier. On peut citer à cet égard, des accélérateurs de prise, des retardateurs de prise, des agents liants, des agents d'adhérence, des fluidifiants, des
35 rétenteurs d'eau, des entraîneurs d'air, des épaississants, des bactéricides, des fongicides, des ajusteurs de pH, des

matériaux de renforcement, des retardateurs de flamme, des hydrofugeants et/ou des charges.

En cas d'utilisation pour réaliser une plaque de plâtre, la composition selon l'invention présente l'avantage de ne pas altérer l'adhérence entre le carton et le plâtre constitutif de la plaque.

Plaque de plâtre selon l'invention

La composition à base de plâtre selon l'invention, peut avantageusement être mise sous forme de plaque, pour donner, après prise et durcissement hydrauliques, une plaque de plâtre à fluage réduit.

Procédé de fabrication d'un élément à base de plâtre à fluage réduit selon l'invention

Selon l'invention, la fabrication d'un élément à base de plâtre, tel qu'une plaque de plâtre, ayant un fluage réduit, comprend, outre les étapes classiques, l'introduction d'acide tartrique, ou d'un ou plusieurs de ses sels, et d'acide borique, ou d'un ou plusieurs de ses sels, dans la composition à base de plâtre, avant la prise et le durcissement hydrauliques de cette dernière.

EXEMPLES

Les exemples suivants illustrent la présente invention sans toutefois en limiter la portée.

Exemple 1

On a préparé une miniplaque de 0,316 x 0,316 m² ayant une épaisseur de 6,5 mm et une densité de 0,78 à partir de plâtre de Carpentras, qui est un plâtre obtenu par cuisson flash d'un gypse naturel ayant une teneur minimale en gypse de 80%.

Cette plaque est préparée de la manière suivante : on prépare une mousse en agitant pendant 1 minute dans un générateur de mousse du type Hamilton Beach réglé à une tension de 55 Volts :

8

- 2,5 ml d'une solution à 50 g/l d'un agent moussant de formule ROSO_3M , tel que défini de la page 14, ligne 20 à la page 15, ligne 16, de la demande internationale WO 99/08978.

5 - 80 ml d'eau à 22°C.

La mousse est ensuite introduite dans un mélange de 400g d'eau à une température de 50°C et de 600 g de plâtre à une température de 22°C. La pâte de plâtre est déposée entre deux feuilles de carton. L'excédent après remplissage est éliminé.

10 La miniplaque est ensuite séchée dans une étuve à une température croissant régulièrement de 100°C à 170°C en 6 min, puis décroissant régulièrement de 170°C à 90°C en 16 min jusqu'à l'obtention d'une plaque témoin appelée plaque T.

15 Exemple 2

On a préparé des plaques 1 à 16, selon le mode opératoire de l'exemple 1, en introduisant préalablement dans les 400g d'eau à 50°C les acides indiqués dans le tableau ci-dessous, avec les pourcentages suivants par rapport au poids du plâtre :

20

Tableau I

| Plaque n° | acide tartrique L (en % par rapport au poids du plâtre) | acide borique (en % par rapport au poids du plâtre) |
|-----------|---|---|
| 1 | 0,01 | - |
| 2 | 0,025 | - |
| 3 | 0,05 | - |
| 4 | 0,16 | - |
| 5 | 0,30 | - |
| 6 | 0,475 | - |
| 7 | - | 0,15 |
| 8 | - | 0,16 |
| 9 | - | 0,17 |
| 10 | - | 0,25 |
| 11 | - | 0,30 |
| 12 | - | 0,45 |
| 13 | - | 0,475 |
| 14 | 0,01 | 0,15 |
| 15 | 0,05 | 0,25 |
| 16 | 0,025 | 0,45 |

Exemple 3

On a procédé à des mesures de fluage sur les plaques T et 1 à 16 préparées dans les exemples 1 et 2, selon la norme ASTM C 473-95 modifiée comme suit : chaque plaque de largeur 316 mm (au lieu de 305 mm) est mise en suspension entre deux couteaux éloignés d'un entraxe de 300 mm (au lieu de 584 mm) sous la contrainte équivalente à 1,5 fois le poids sec de la plaque (760 g). La flèche est mesurée au bout de 24, 48 et 65 heures. Pour des raisons pratiques, les valeurs de fluage relevées dans les exemples correspondent à la flèche atteinte au bout de 65 heures. Le fluage est mesuré avec une précision de 3%.

Les résultats sont consignés dans le tableau II suivant :

Tableau II

| Plaque n° | Fluage mesuré en mm |
|-----------|------------------------|
| T | 9,29 |
| 1 | 4,66 |
| 2 | 3,81 |
| 3 | 3,17 |
| 4 | 2,09 |
| 5 | 1,51 |
| 6 | 1,08 |
| 7 | 2,60 |
| 8 | 2,54 |
| 9 | 2,48 |
| 10 | 2,13 |
| 11 | 1,96 |
| 12 | 1,59 |
| 13 | 1,54 |
| 14 | 1,50 |
| 15 | 1,10 |
| 16 | 0,76 |

Les résultats obtenus mettent en évidence :

- l'apport de l'acide tartrique sur le fluage (plaques 1 à 6 par rapport à plaque T) ;

10

- l'apport de l'acide borique sur le fluage (plaques 7 à 13 par rapport à la plaque T);
- l'effet synergique lié à la combinaison des acides tartrique et borique (plaques 1,4,7,8 par rapport à la plaque 14, ou bien plaques 3, 5, 10, 11 par rapport à la plaque 15).

De même, la comparaison des résultats pour les plaques 2, 6, 12, 13 avec ceux pour la plaque 16 montre un effet de synergie qui se traduit par un fluage de la plaque de plâtre se situant sous la barre du millimètre.

Cet effet de synergie peut aussi s'exprimer en comparant l'amélioration de la réduction du fluage obtenue par la combinaison acide tartrique/acide borique, par rapport à la solution acide tartrique seul ou acide borique seul, pour un même dosage global d'additifs.

Le tableau III ci-dessous exprime ce gain en % :

Tableau III

| Plaques comparées | Additivation (en % par rapport au poids du plâtre) | Gain apporté par la synergie |
|-------------------|--|---------------------------------|
| 14/4 | 0,16 | 28% |
| 14/8 | 0,16 | 41% |
| 15/5 | 0,30 | 27% |
| 15/11 | 0,30 | 44% |
| 16/6 | 0,475 | 30% |
| 16/13 | 0,475 | 51% |

Exemple 4

Dans cet exemple, en vue d'étudier l'effet d'un ajout de trimétaphosphate de sodium (TMPNa), on a préparé des plaques 17 à 22 selon le mode opératoire indiqué dans l'exemple 2, avec les caractéristiques figurant dans le tableau IV suivant :

Tableau IV

| Plaque n° | acide tartrique L (en %) | acide borique (en %) | TMPNa (en %) |
|-----------|-----------------------------|-------------------------|-----------------|
| 17 | 0,025 | 0,4 | - |
| 18 | - | - | 0,05 |
| 19 | - | - | 0,1 |
| 20 | 0,025 | 0,4 | 0,01 |
| 21 | 0,025 | 0,4 | 0,05 |
| 22 | 0,025 | 0,4 | 0,1 |

5 Exemple 5

On a procédé à des mesures de fluage selon la norme ASTM C 473-95 modifiée telle que décrit précédemment dans l'exemple 3.

Les résultats sont consignés dans le tableau V suivant :

10

Tableau V

| Plaque n° | Fluage mesuré en mm |
|-----------|---------------------|
| T | 9,30 |
| 17 | 0,83 |
| 18 | 0,89 |
| 19 | 0,75 |
| 20 | 0,73 |
| 21 | 0,71 |
| 22 | 0,51 |

On comparant les résultats pour les plaques 17 à 22, on constate qu'il est avantageux de combiner les acides tartrique et borique avec le TMPNa, car on arrive ainsi à un fluage quasiment nul.

Exemple 6

On a préparé une miniplaque de 0,316 x 0,316 m² ayant une épaisseur de 6,5 mm et une densité de 0,78, selon le mode opératoire décrit dans l'exemple 1, mais à partir de plâtre de Cilegon, qui est un plâtre obtenu par cuisson flash d'un gypse naturel ayant une teneur minimale en gypse de 90%.

Cette plaque témoin est appelée plaque T'.

Exemple 7

On a préparé des plaques 23 à 30, selon le mode opératoire de l'exemple 6, en introduisant préalablement dans les 400 g d'eau à 50°C les additifs indiqués dans le tableau VI ci-dessous avec les pourcentages suivants par rapport au poids du plâtre :

Tableau VI

| Plaque n° | acide tartrique L (en % par rapport au poids du plâtre) | Trimétaphosphate de sodium (en % par rapport au poids du plâtre) |
|-----------|---|---|
| 23 | 0,01 | |
| 24 | 0,02 | - |
| 25 | 0,04 | |
| 26 | | 0.01 |
| 27 | - | 0,02 |
| 28 | - | 0,04 |
| 29 | 0,01 | 0,01 |
| 30 | 0,02 | 0,02 |

Exemple 8

On a procédé à des mesures de fluage sur les plaques T' et 23 à 30 préparées dans les exemples 11 à 12 selon la norme ASTM C 473-95 modifiée selon la description de l'exemple 3.

Les valeurs de fluage relevées dans les exemples correspondent à la flèche atteinte au bout de 65 heures. Le fluage est mesuré avec une précision de 3%.

Les résultats sont consignés dans le tableau VII suivant :

13

Tableau VII

| Plaque n° | Fluage mesuré en mm |
|-----------|---------------------|
| T' | 9,50 |
| 23 | 2,20 |
| 24 | 1,48 |
| 25 | 1,13 |
| 26 | 1,51 |
| 27 | 1,15 |
| 28 | 0,73 |
| 29 | 1,02 |
| 30 | 0,66 |

La comparaison des résultats pour les plaques 24, 27 et 29
5 montre un effet synergique lié à la combinaison de l'acide
tartrique et du trimétaphosphate de sodium.

De même, la comparaison des résultats pour les plaques 25,
28 et 30 montre que la combinaison l'acide tartrique et du
trimétaphosphate de sodium produit un effet de synergie qui se
10 traduit par un fluage de la plaque de plâtre se situant sous
la barre du millimètre.

Cet effet de synergie peut aussi s'exprimer en comparant
l'amélioration de la réduction du fluage obtenue par la
combinaison acide tartrique/trimétaphosphate de sodium, par
15 rapport à la solution d'acide tartrique seul ou de
trimétaphosphate de sodium seul, pour un même dosage global
d'additifs.

Le tableau VIII ci dessous exprime ce gain en % :

20

Tableau VIII

| Plaques comparées | Additivation (en % par rapport au poids du plâtre) | Gain % apporté par synergie |
|-------------------|--|--------------------------------|
| 29/24 | 0,02 | 31% |
| 29/27 | 0,02 | 11% |
| 30/25 | 0,04 | 41% |
| 30/28 | 0,04 | 10% |

Exemple 9

Dans cet exemple, en vue de permettre une comparaison de l'efficacité des acides tartriques L, D, DL et méso, ces acides étant utilisés seuls, on a préparé des plaques 31 à 41 selon le mode opératoire indiqué dans l'exemple 6, avec les caractéristiques suivantes :

Tableau IX

| Plaque n° | acide tartrique L (en %) | acide tartrique D (en %) | acide tartrique DL (en %) | acide tartrique méso (en %) |
|--------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|-----------------------------------|
| 31 | 0,01 | | | |
| 32 | 0,02 | | | |
| 33 | 0,04 | | | |
| 34 | | 0,01 | | |
| 35 | | 0,02 | | |
| 36 | | 0,04 | | |
| 37 | | | 0,01 | |
| 38 | | | 0,02 | |
| 39 | | | | 0,01 |
| 40 | | | | 0,02 |
| 41 | | | | 0,04 |

10

Exemple 10

On a procédé à des mesures de fluage selon la norme ASTM C 473-95 modifiée telle que décrit précédemment dans l'exemple 3. Les résultats sont consignés dans le tableau X suivant :

Tableau X

| Plaque n° | Fluage mesuré en mm |
|-----------|---------------------|
| T' | 9,50 |
| 31 | 1,95 |
| 32 | 1,57 |
| 33 | 1,35 |
| 34 | 1,92 |
| 35 | 1,51 |
| 36 | 1,22 |
| 37 | 1,68 |
| 38 | 1,31 |
| 39 | 2,57 |
| 40 | 2,29 |
| 41 | 1,87 |

On peut constater que les acides tartriques L, D, DL et méso entraînent tous une réduction notable du fluage.

5

Exemple 11

Dans cet exemple, en vue de permettre une comparaison de l'efficacité de l'acide tartrique L à celle de l'acide tartrique D, ces acides étant utilisés en combinaison avec l'acide borique, on a préparé des plaques 42 et 43 selon le mode opératoire indiqué dans l'exemple 2, avec les caractéristiques figurant dans le tableau XI suivant :

10

Tableau XI

15

| Plaque n° | acide tartrique L (en g) | acide tartrique D (en g) | acide borique (en g) |
|-----------|--------------------------|--------------------------|----------------------|
| 42 | 0,05 | - | 0,25 |
| 43 | - | 0,05 | 0,25 |

Exemple 12

On a procédé à des mesures de fluage selon la norme ASTM C 473-95 modifiée telle que décrit précédemment dans l'exemple 3

20

Les résultats sont consignés dans le tableau XII suivant :

16

Tableau XII

| Plaque n° | Fluage mesuré en mm |
|-----------|---------------------|
| T | 9,29 |
| 42 | 1,10 |
| 43 | 1,12 |

On constate donc que l'acide tartrique D est aussi efficace
 5 que l'acide tartrique L et qu'il donne lui aussi lieu à une
 nette amélioration de l'effet anti-fluage lorsqu'il est
 combiné avec l'acide borique.

Exemple 13

10 On a préparé des plaques 44 à 53, selon le mode opératoire
 de l'exemple 6, en introduisant préalablement dans les 400g
 d'eau à 50°C les acides indiqués dans le tableau XIII ci-
 dessous, avec les pourcentages suivants par rapport au poids
 du plâtre :

15

| Plaque n° | acide tartrique L (en %) | acide tartrique méso (en %) | acide tartrique D (en %) |
|-----------|--------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------|
| 44 | 0,04 | | |
| 45 | | 0,04 | |
| 46 | | | 0,04 |
| 47 | 0,02 | 0,02 | |
| 48 | 0,02 | | 0,02 |
| 49 | | 0,02 | 0,02 |
| 50 | 0,013 | 0,013 | 0,013 |
| 51 | 0,027 | 0,007 | 0,007 |
| 52 | 0,007 | 0,027 | 0,007 |
| 53 | 0,007 | 0,007 | 0,027 |

Exemple 14

On a procédé à des mesures de fluage selon la norme ASTM C
 473-95 modifiée telle que décrit précédemment dans l'exemple 3

20 Les résultats sont consignés dans le tableau XIV suivant :

Tableau XIV

| Plaque n° | Fluage mesuré en mm |
|-----------|---------------------|
| T' | 9,50 |
| 44 | 1,27 |
| 45 | 1,93 |
| 46 | 1,19 |
| 47 | 1,41 |
| 48 | 1,42 |
| 49 | 1,22 |
| 50 | 1,28 |
| 51 | 1,21 |
| 52 | 1,01 |
| 53 | 1,06 |

Les résultats obtenus mettent en évidence que :

- 5 - Les acides tartriques L, D et méso introduits seuls entraînent tous une réduction notable du fluage (plaques 44 à 46 par rapport à plaque T');
10 - le mélange d'acide tartrique L, D et méso est efficace, en particulier lorsque les quantités de D et méso sont supérieures à la quantité de L.

Exemple 15

On a préparé une miniplaque de 0,316 x 0,316 m² ayant une épaisseur de 6,5 mm et une densité de 0,78, selon le mode
15 opératoire décrit dans l'exemple 1, mais à partir d'un second lot de plâtre de Cilegon, qui est un plâtre obtenu par cuisson flash d'un gypse naturel ayant une teneur minimale en gypse de 90%.

Cette plaque témoin est appelée plaque T''.

Exemple 16

Dans cet exemple, en vue de permettre une comparaison de l'efficacité de l'acide tartrique L, de l'acide tartrique D, de l'acide tartrique méso et du mélange des acides tartriques
25 L, D et méso, ces acides étant utilisés en combinaison avec l'acide borique, on a préparé des plaques 54 à 61 selon le

mode opératoire indiqué dans l'exemple 2, avec les caractéristiques figurant dans le tableau XV suivant :

Tableau XV

| Plaque n° | acide tartrique L (en %) | acide tartrique méso (en %) | acide tartrique D (en %) | acide borique (en %) |
|-----------|--------------------------|-----------------------------|--------------------------|----------------------|
| 54 | 0,04 | | | |
| 55 | 0,04 | | | 0,4 |
| 56 | | 0,04 | | |
| 57 | | 0,04 | | 0,4 |
| 58 | | | 0,04 | |
| 59 | | | 0,04 | 0,4 |
| 60 | 0,007 | 0,013 | 0,019 | |
| 61 | 0,007 | 0,013 | 0,019 | 0,4 |

Exemple 17

On a procédé à des mesures de fluage selon la norme ASTM C 473-95 modifiée telle que décrit précédemment dans l'exemple 3.

Les résultats sont consignés dans le tableau XVI suivant :

Tableau XVI

| Plaque n° | Fluage mesuré en mm |
|-----------|---------------------|
| T'' | 7,7 |
| 54 | 1,09 |
| 55 | 0,69 |
| 56 | 1,75 |
| 57 | 1,07 |
| 58 | 0,91 |
| 59 | 0,82 |
| 60 | 1,00 |
| 61 | 0,72 |

Les résultats obtenus, lorsque l'on considère les combinaisons avec l'acide borique mettent en évidence que :

- l'acide tartrique et l'acide borique en mélange conduisent à une synergie;

- le mélange des acides tartriques L, D et méso est efficace, en particulier avec une quantité élevée d'acide tartrique D.

5 Exemple 18

On a préparé une miniplaque de 0,316 x 0,316 m² ayant une épaisseur de 12,5 mm et une densité de 0,80 à partir de plâtre de d'Ottmarsheim, qui est un plâtre obtenu par cuisson indirecte dans un four tournant d'un gypse synthétique issu de la désulfuration des fumées de centrale thermique ayant une teneur minimale en gypse de 98%.

Cette plaque est préparée de la manière suivante : on prépare une mousse en agitant pendant 1 minute dans un générateur de mousse du type Hamilton Beach réglé à une tension de 55 Volts :

- 2,5 ml d'une solution à 50 g/l d'un agent moussant de formule ROSO₃M, tel que défini de la page 14, ligne 20 à la page 15, ligne 16, de la demande internationale WO 99/08978.
- 80 ml d'eau à 22°C.

La mousse est ensuite introduite dans un mélange de 400 g d'eau à une température de 50°C et de 600 g de plâtre à une température de 22°C. La pâte de plâtre est déposée entre deux feuilles de carton. L'excédent après remplissage est éliminé. La miniplaque est ensuite séchée dans une étuve à une température croissant régulièrement de 100°C à 170°C en 6 min, puis décroissant régulièrement de 170°C à 90°C en 16 min. Une fois sèche la plaque est immergée dans 5000 ml d'eau distillée jusqu'à reprise de poids constante puis séchée à 45°C jusqu'à l'obtention d'une plaque témoin appelée plaque T'''.

Exemple 19

On a préparé la plaque 62, selon le mode opératoire de l'exemple 18, en introduisant préalablement dans les 5000 g d'eau distillée 28 g d'acide tartrique L.

Exemple 20

On a procédé à des mesures de fluage sur les plaques T''' et 62 préparées dans les exemples 18 et 19, selon la norme ASTM C 473-95 modifiée comme suit : chaque plaque de largeur 316 mm (au lieu de 305 mm) est mise en suspension entre deux couteaux éloignés d'un entraxe de 300 mm (au lieu de 584 mm) sous la contrainte équivalente à 1,5 fois le poids sec de la plaque (760 g). La flèche est mesurée au bout de 24, 48 et 65 heures. Pour des raisons pratiques, les valeurs de fluage relevées dans les exemples correspondent à la flèche atteinte au bout de 65 heures. Le fluage est mesuré avec une précision de 3%.

Les résultats sont consignés dans le tableau XVII suivant :

Tableau XVII

| Plaque n° | Fluage mesuré en mm |
|-----------|------------------------|
| T''' | 0.81 |
| 62 | 0.29 |

Les résultats obtenus mettent en évidence l'apport de l'acide tartrique sur le fluage quand l'élément de plâtre durci est imprégné par trempage dans une solution aqueuse d'acide tartrique.

REVENDICATIONS

1. Procédé de réduction du fluage d'un élément à base de plâtre, comprenant l'introduction dans la composition à base de plâtre, avant la prise et le durcissement de cette dernière, d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique, en une quantité supérieure à 0,001% en poids par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate contenu dans la composition à base de plâtre.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on introduit dans la composition à base de plâtre, en pourcentages en poids par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate de la composition, de 0,003% à 0,45% et de préférence de 0,005% à 0,05% d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique.
3. Procédé selon la revendication 1 ou la revendication 2, caractérisé en ce qu'on introduit en outre dans la composition à base de plâtre, en pourcentages en poids par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate de la composition, jusqu'à 0,95% et de préférence de 0,2% à 0,8% d'acide borique ou de sel(s) d'acide borique.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'acide tartrique comprend un mélange des formes L et D.
5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'acide tartrique comprend un mélange des formes L, D et méso.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on introduit en outre dans la composition à base de plâtre au moins un agent moussant.

- 5 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'agent moussant comprend un alkylsulfate de métal alcalin ou alcalino-terreux, de préférence, un alkylsulfate de formule $H(CH_2)_nOSO_3^-M^+$, dans laquelle n est de 6 à 16 et le nombre moyen d'atomes de carbone dans la composition d'alkylsulfates n_m est compris entre 10 et 11, et M est un cation monovalent.
- 10 8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'on introduit en outre dans la composition à base de plâtre, au moins un phosphate de métal alcalin ou alcalino-terreux.
- 15 9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que ledit phosphate de métal alcalin ou alcalino-terreux est introduit en une quantité maximale de 0,5% et de préférence inférieure à 0,2% en poids, par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate.
- 20 10. Procédé selon la revendication 8 ou la revendication 9, caractérisé en ce que le phosphate de métal alcalin ou alcalino-terreux est le trimétaphosphate de sodium.
- 25 11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'élément à base de plâtre est une plaque de plâtre.
- 30 12. Composition à base de plâtre comprenant, en pourcentages en poids par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate dans la composition, de 0,003% à 0,45% d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique et de 0,05% à 0,95% d'acide borique ou de sel(s) d'acide borique.
- 35 13. Composition à base de plâtre selon la revendication 12, comprenant, en pourcentages en poids par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate dans la

composition, de 0,005% à 0,05% d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique et de 0,2% à 0,8% d'acide borique ou de sel(s) d'acide borique.

- 5 14. Composition à base de plâtre selon la revendication 12 ou 13, comprenant, en pourcentages en poids par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate dans la composition, de 0,02% à 0,03% d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique et de 0,4% à 0,7% d'acide borique ou de sel(s) d'acide borique.
- 10
- 15 15. Composition à base de plâtre selon l'une des revendications 12 à 14, caractérisée en ce que l'acide tartrique comprend un mélange des formes L et D.
- 16 16. Composition à base de plâtre selon l'une des revendications 12 à 14, caractérisée en ce que l'acide tartrique comprend un mélange des formes L, D et méso.
- 20 17. Composition à base de plâtre selon l'une des revendications 12 à 16, comprenant en outre un agent moussant.
- 25 18. Composition à base de plâtre selon la revendication 17, caractérisée en ce que l'agent moussant est un alkylsulfate de métal alcalin ou alcalino-terreux de préférence, un alkylsulfate de formule $H(CH_2)_nOSO_3^-M^+$, dans laquelle n est de 6 à 16 et le nombre moyen d'atomes de carbone dans la composition d'alkylsulfates n_m est compris entre 10 et 11, et M est un cation monovalent.
- 30
- 35 19. Composition à base de plâtre selon l'une des revendications 12 à 18, comprenant en outre un phosphate de métal alcalin ou alcalino-terreux.

20. Composition à base de plâtre selon la revendication 19, caractérisée en ce qu'elle contient au plus 0,5% et de préférence moins de 0,2% en poids, dudit phosphate de métal alcalin ou alcalino-terreux, par rapport au poids du sulfate de calcium semi-hydrate.
21. Composition à base de plâtre selon la revendication 19 ou la revendication 20, caractérisé en ce que ledit phosphate de métal alcalin ou alcalino-terreux est le trimétaphosphate de sodium.
22. Élément à base de plâtre à fluage réduit, obtenu par prise et durcissement hydrauliques d'une composition selon l'une des revendications 12 à 21.
23. Élément selon la revendication 22, caractérisé en ce qu'il s'agit d'une plaque de plâtre.
24. Utilisation d'acide tartrique ou de sel(s) d'acide tartrique pour la réduction du fluage d'un élément à base de plâtre.
25. Procédé de fabrication d'un élément à base de plâtre à fluage réduit, dans lequel on introduit de l'acide tartrique, ou l'un ou plusieurs de ses sels, et de l'acide borique, ou l'un ou plusieurs de ses sels, dans la composition à base de plâtre, avant la prise et le durcissement hydraulique de cette dernière.
26. Procédé de fabrication d'un élément à base de plâtre à fluage réduit, dans lequel on introduit de l'acide tartrique, ou l'un ou plusieurs de ses sels, et de l'acide borique, ou l'un ou plusieurs de ses sels, dans la composition à base de plâtre, après le durcissement hydraulique de cette dernière, par imprégnation.

25

27. Procédé selon la revendication 25 ou 26, caractérisé en ce que l'élément à base de plâtre est une plaque de plâtre.